

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 08185713
PUBLICATION DATE : 16-07-96

APPLICATION DATE : 28-12-94
APPLICATION NUMBER : 06328184

APPLICANT : SUMITOMO BAKELITE CO LTD;

INVENTOR : KAWADA MASAKAZU;

INT.CL. : H01B 5/16 B29C 41/30 C08J 5/18 H01B 1/22 H01B 5/00 H01R 11/01

TITLE : ANISOTROPIC CONDUCTIVE FILM

ABSTRACT : PURPOSE: To provide an anisotropic conductive film usable for a fine micro- connection and improving workability and long-term reliability by compounding a polyvinyl butyral resin, an epoxy resin and the like at prescribed compounding ratio, and extending the mixture on a mold releasing film.

CONSTITUTION: A polyvinyl butyral resin A, an epoxy resin B, a micro-capsuled imidazole derivative epoxy compound C, a solvent D, and conducting grains F are compounded and mixed as essential components, and the mixture is extended on a mold releasing film. The polymerization degree of the resin A is set to 1500-2500, the acetylation degree is set to 3mol% or below, the butyral degree is set to 65mol% or above, and the flow softening point is set to 200°C or above. The compounding weight ratio of the resin A, resin B, and compound C is set to $A/(B+C)=(10-50)/100$. A nickel film is provided on the surface of a polymer spherical core material serving as the grains F, a gold film is provided on the outer layer of the nickel film, and the phosphorus content in the nickel film is set to 2-20wt.%.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-185713

(43) 公開日 平成8年(1996)7月16日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 B 5/16				
B 2 9 C 41/30		7310-4F		
C 0 8 J 5/18	C F C			
H 0 1 B 1/22		B		
5/00		C		
審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 6 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平6-328184

(22) 出願日 平成6年(1994)12月28日

(71) 出願人 000002141

住友ベークライト株式会社
東京都品川区東品川2丁目5番8号

(72) 発明者 宮本 哲也

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住
友ベークライト株式会社内

(72) 発明者 川田 政和

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住
友ベークライト株式会社内

(54) 【発明の名称】 異方導電フィルム

(57) 【要約】

【構成】 重合度が1500~2500、アセチル化度が3mol%以下、ブチラール化度が65mol%以上、フロー軟化点が200℃以上の特性を有するポリビニルブチラール樹脂(A)、エポキシ樹脂(B)、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物(C)、溶剤(D)及び高分子球状核材の表面にニッケル膜を有し、該ニッケル膜の更に外層に金膜を有し、該ニッケル膜中の燐含有量が2~20重量%である導電粒子(F)を必須成分し、かつ重量配合割合が(A)/(B)+(C)=(10~50)/100であるペースト状混合物を離形フィルム上に流延し溶剤を揮散させ製膜されてなる異方導電フィルム。

【効果】 0.05ピッチ前後以下の微細なマイクロ接合に使用可能であり、かつ作業性、長期信頼性優れた異方導電フィルムが得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 重合度が1500～2500、アセチル化度が3mol%以下、ブチラール化度が65mol%以上、フロー軟化点が200℃以上の特性を有するポリビニルブチラール樹脂(A)、エポキシ樹脂(B)、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物(C)、溶剤(D)及び高分子球状核材の表面にニッケル膜を有し、該ニッケル膜の更に外層に金膜を有し、該ニッケル膜中の燐含有量が2～20重量%である導電粒子(F)を必須成分し、かつ重量配合割合が(A) / (B) + (C) = (10～50) / 100であるペースト状混合物を離形フィルム上に流延し溶剤を揮散させ製膜されてなることを特徴とする異方導電フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、微細な回路同志の電気的接続、更に詳しくはLCD(液晶ディスプレイ)とフレキシブル回路基板やTABフィルムとの接続や、半導体ICとIC搭載回路基板のマイクロ接合に用いる異方導電フィルムに関するものである。

【0002】

【従来の技術】最近の電子機器の小型化、薄型化に伴い、微細な回路同志の接続、微小部品と微細回路の接続等の必要性が飛躍的に増大してきており、その接続方法として、異方性の導電性接着剤やフィルムが使用され始めている(例えば、特開昭59-120436、60-191228、61-274394、61-287974、62-244242、63-153534、63-305591、64-81878、特開平1-46549、1-25178各号公報等)。更なる部品の微細化が進み、それに伴う異方性導電フィルムによる回路同志の接続作業において位置ずれ等の理由によって一度接続した被接続部材を破損または損傷せずに剥離し再圧着すること(所謂“リペア”)が可能であることへの要求や、異方導電フィルムの熱硬化反応時の硬化収縮や種々の雰囲気中での樹脂自体の歪み応力に基づき、被着体が損傷(例えばLCDに用いられるガラス基板のクラックや基板の反り)するという問題が生じてきている。これらの問題を解決するために、速硬化、長ライフ、耐湿性、更には低歪みの高信頼性熱硬化タイプの異方導電フィルムが強く要求されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の熱硬化型では得られなかった短時間での接続が可能であり、又常温での貯蔵保存性に優れ、加熱加圧して硬化後、広範囲の温度域(-40℃～100℃)において優れた接着性を有し、しかも接合部に残る歪み(応力)が極めて小さく、更に一度圧着したものを所定温度以上に加熱することによって剥離・再圧着可能である熱硬化型異方導電フィルムを提供するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、重合度が1500～2500、アセチル化度が3mol%以下、ブチラール化度が65mol%以上、フロー軟化点が200℃以上の特性を有するポリビニルブチラール樹脂(A)、エポキシ樹脂(B)、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物(C)、溶剤(D)及び高分子球状核材の表面にニッケル膜を有し、該ニッケル膜の更に外層に金膜を有し、該ニッケル膜中の燐含有量が2～20重量%である導電粒子(F)を必須成分し、かつ重量配合割合が(A) / (B) + (C) = (10～50) / 100であるペースト状混合物を離形フィルム上に流延し溶剤を揮散させ製膜されてなる異方導電フィルムである。

【0005】本発明に用いるポリビニルブチラール樹脂の重合度は、1500～2500であるが、重合度が1500未満だと加熱・加圧時の樹脂の流動性が大きく接着力が不十分となる。又、重合度が2500を越えると樹脂の流動性が不足し、従って導電粒子が端子と接触できず導通性が得られない。又、ポリビニルブチラール樹脂のアセチル化度は、3mol%以下であるが3mol%を越えると被着体(LCDガラス基板やTABフィルム)との相溶性が悪くなり接着力が不足する。ブチラール化度は、65mol%以上であるが65mol%未満だと分子中のポリビニルアルコール及びポリ酢酸ビニルの含有割合が増加し接着力が不足する。更に、ポリビニルブチラール樹脂のフロー軟化点は、200℃以上であるが、200℃未満だと加熱・加圧時の樹脂の流動性が大きく気泡の抱き込みが大きくなり接着力が不足する。フロー軟化点の測定は、高化式フロテスター(島津製作所・製CFT-500型)を用いて、試料1gを80℃のシリンダーに充填し、荷重100Kg/cm²、オリフィス1mmφ×10mm、昇温速度6±0.5℃であり、試料の流れ値が1.0×10⁻³ml/secになった温度を読み取りフロー軟化点とする。

【0006】ポリビニルブチラール樹脂(A)、エポキシ樹脂(B)及び潜在性硬化剤であるマイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物(C)の重量割合は(A) / (B) + (C) = (10～50) / 100であり、目標とする作業性、信頼性等によって異なるが、ポリビニルブチラール樹脂が10重量部未満だと、初期接着力(粘着力)が不足し、更に異方導電フィルムにしたとき、溶融時の流動性が大きく気泡の抱き込みが大きい。又、最近その必要性が高まってきている所謂リペア性についても、10重量部未満だと、硬化後の樹脂軟化温度が高く、剥離時に高温を必要とし、被着体に残る樹脂成分を除去することが困難になる。50重量部を越えると接着力は十分であるが、溶融時の粘度が高く、樹脂の流動性が不足し、従って導電性粒子が端子と接触できず導電性が得られない恐れが生じる。更にリペア性

等の作業性は比較的良好であるが、エポキシ樹脂系成分との相溶性、耐熱性、耐湿性が不足する。

【0007】本発明に用いるエポキシ樹脂は、1分子中に少なくとも2個以上のエポキシ基を有し、例えばビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂等が挙げられ、これらに限定されるものではなく、単独でも混合して用いても差し支えない。

【0008】本発明に用いるマイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物は、イミダゾール誘導体とエポキシ化合物との反応生成物をマイクロカプセル化し微粉末としたもので、市場より入手できるものである。更にマイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物とイソシアネート化合物とを反応させ、耐薬品性及び貯蔵保存性を高めたものも好適である。ここで用いるエポキシ化合物としては、例えば、フェノールノボラック樹脂、ビスフェノールA、ビスフェノールF及びブROM化ビスフェノールA等のグリシジルエーテル型エポキシ樹脂、ダイマー酸ジグリシジルエステル、フタル酸ジグリシジルエステル等が挙げられる。又イミダゾール誘導体としては、例えばイミダゾール、2-メチルイミダゾール、2-エチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-フェニルイミダゾール、2-フェニル-4-メチルイミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾール、1-ベンジル-2-エチルイミダゾール、1-ベンジル-2-エチル-5-メチルイミダゾール、2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシメチルイミダゾール、2-フェニル-4, 5-ジヒドロキシメチルイミダゾール等が挙げられる。

【0009】本発明で用いる導電粒子は、高分子球状核材の表面にニッケル膜を有し、該ニッケル膜の更に外層に金膜を有し、該ニッケル膜中の隣含有量が2~20重量%である。導電粒子表面の金膜、ニッケル膜は、ニッケル中の隣含有量が2~20重量%であること以外は、特に限定されるものではない。例えば、皮膜の厚さは特に限定しないが、薄すぎると導電性が不安定になり、厚すぎると粒子変形が困難になったり凝集等が生じるため、各々の皮膜の厚さは0.01~1 μ mが好ましい。又、被覆の形成方法では、この被覆と中心核となる高分子球状核材との密着力・導電性などを考慮し、均一に形成されていることが好ましく、従来から用いられている無電解メッキなどが望ましい。ニッケル膜中の隣含有量が2重量%未満のもので被覆形成された導電粒子を用いて、異方導電フィルムにした場合導電粒子の分散性が悪くなり凝集が発生し、この導電粒子により隣接端子間の絶縁性が低下し短絡に至る場合もあり、微細な回路接続には制約がある。逆に、20重量%を超える場合には、分散性は良くなるが導電率が低下し、接続抵抗値が高くなり、長期の接続信頼性も低下してくる問題が生じる。

【0010】本発明に用いる導電粒子の粒径は3~15 μ m、平均粒径は5~10 μ mであり、粒径は3 μ m未満及び平均粒径が5 μ m未満だと、接続する回路表面の凹凸の大きさに近く、熱圧着時に回路厚みのバラキツを吸収できず、接続抵抗増やオープン不良の原因となる。又粒径が15 μ mを越え、かつ平均粒径10 μ mを越えると回路ピッチ(回路幅+回路間隔)が0.1mm以下に適用した際に隣接回路間で粒子が接触し、隣接回路間での絶縁性が低下したり、ショートを起こす危険性がある。これらの範囲内で接続する回路端子ピッチ、端子厚さバラキツ等により最適値を選択すればよい。例えば、異方導電フィルムの主要な用途である液晶ディスプレイパネルとフレキシブル回路基板(以下FPCという)との接続では、金属被覆を有する導電粒子の粒径は3~15 μ m程度で、かつペースト状混合物に対する配合量は、0.5~10体積%が好ましい。

【0011】又、導電粒子の圧縮破壊強度は10~100kg/mm²、圧縮弾性率は100~1000kg/mm²である。圧縮破壊強度が、10kg/mm²未満及び圧縮弾性率が100kg/mm²未満であると電氣的接続を得る前に粒子が破壊されてしまい接続できない。又圧縮破壊強度が100kg/mm²を越え、かつ圧縮弾性率が1000kg/mm²を越える場合には、端子と端子の接続に十分な面積を得るには過大な圧力をかけなくてはならなく被着体を破損する原因となる。熱圧着後の金属被覆粒子のつぶれ具合が接続信頼性等の諸特性に影響を及ぼすため、圧縮破壊強度は10~100kg/mm²、圧縮弾性率は100~1000kg/mm²である必要がある。

【0012】高分子球状核材の組成は特に限定しないが、例えばエポキシ樹脂、ウレタン樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリスチレン樹脂、スチレン-ブタジエン共重合体等のポリマーが挙げられ、これらは単独でも混合して用いても差し支えない。本発明に用いる溶剤は、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、トルエン、キシレン、n-ブチルアルコール、酢酸エチル、酢酸ブチル、テトラヒドロフラン、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、ジアセトンエーテル、メチルセロソルブアセテート、エチルセロソルブアセテート、ジメチルホルムアミド等が挙げられるが、極性の大きさによって配合後の樹脂安定性に影響を及ぼすため配合処方ごとに安定性を調べ、単独あるいは混合して用いる。次に異方導電フィルムの担体となる離形フィルムに要求される特性は、耐熱性、離形性、離形性とバランスしたある程度の密着性等であるが異方導電フィルムの作業性を大きく左右するため、配合処方を合わせて適宜選択することが必要である。離形フィルムとしてはポリエステル系フィルム、ポリメチルペンテン系フィルム、フッ素系フィルム等があり、これらの内ではフッ素系フィルムが

使用条件下において十分な耐熱性を有し、又密着性の強いエポキシ樹脂の塗膜に対して、十分な密着性と離形性を保持するので好ましい。接着剤の組成によっては、更に各種のフッ素系フィルムの中から、作業性の良好なものを適宜選択して使用する。以上のようにして選択、調整した樹脂配合物と導電粒子を適宜配合し、配合・攪拌し、離形フィルム上に流延することによって異方導電フィルムを作成するが、樹脂の相溶性、安定性、離形フィルムとの濡れ性等の作業性や、フィルム形成時の表面粘度、密着性等の各種性能を狙って、各種添加剤、例えば非反応性希釈剤、反応性希釈剤、揺変性付与剤、増粘剤、無機充填剤等を適宜添加しても差し支えない。

【0013】以上本発明を実施例で具体的に説明する。

実施例1

反応性エラストマーとして、重合度1700、アセチル化度3mol%以下、ブチラール化度65mol%以上、フロー軟化点が225℃のポリビニルブチラール樹脂をトルエン/酢酸エチル=5:1(重量比)混合溶液に溶解して得られた10重量%溶液100重量部を、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(エポキシ当量4000/eq)のトルエン/酢酸ブチル=3:1(重量比)の混合溶液50重量%溶液20重量部と、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物50重量部を速やかに攪拌・混合し、これにポリスチレン球状核材にニッケル/金メッキした導電粒子(ニッケル膜中の燐含有量10重量%)を3重量部添加、均一分散せしめ、更にトルエンを添加し、4-フッ化エチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体フィルム上に、乾燥後の厚みが25μmになるよう流延・乾燥し異方導電フィルムを得た。

実施例2

反応性エラストマーとして、重合度2350、アセチル化度3mol%以下、ブチラール化度65mol%以上、フロー軟化点が230℃のポリビニルブチラール樹脂を酢酸エチルに溶解して得られた10重量%溶液100重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。

実施例3

反応性エラストマーとして、重合度1700、アセチル化度3mol%以下、ブチラール化度65mol%以上、フロー軟化点225℃のポリビニルブチラール樹脂をトルエン/酢酸エチル=5:1(重量比)混合溶液に溶解して得られた10重量%溶液100重量部を、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(エポキシ当量4000g/eq)のトルエン/酢酸ブチル=3:1(重量比)混合溶液50重量%溶液100重量部と、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。 実施例4

反応性エラストマーとして、重合度1700、アセチル

化度3mol%以下、ブチラール化度65mol%以上、フロー軟化点が225℃のポリビニルブチラール樹脂をトルエン/酢酸エチル=5:1(重量比)混合溶液に溶解して得られた10重量%溶液500重量部を、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(エポキシ当量4000/eq)のトルエン/酢酸ブチル=3:1(重量比)の混合溶液50重量%溶液100重量部と、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。

実施例5、6

実施例5では、導電粒子としてポリスチレン球状核材にニッケル/金メッキしたもの(ニッケル膜中の燐含有量5重量%)、実施例6ではニッケル膜中の燐含有量20重量%を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。

【0014】比較例1、2

比較例1では、反応性エラストマーとして、重合度300、アセチル化度3mol%を越えたもの、ブチラール化度63mol%、フロー軟化点が115℃のポリビニルブチラール樹脂を、比較例2では重合度1000、アセチル化度3mol%以下、ブチラール化度70mol%、フロー軟化点が160℃のポリビニルブチラール樹脂を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。

比較例3

反応性エラストマーとして、重合度1700、アセチル化度3mol%以下、ブチラール化度65mol%以上、フロー軟化点が225℃のポリビニルブチラール樹脂をトルエン/酢酸エチル=5:1(重量比)混合溶液に溶解して得られた10重量%溶液50重量部を、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(エポキシ当量4000/eq)のトルエン/酢酸ブチル=3:1(重量比)の混合溶液50重量%溶液100重量部と、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。 比較例4

反応性エラストマーとして、重合度1700、アセチル化度3mol%以下、ブチラール化度65mol%以上、フロー軟化点が225℃のポリビニルブチラール樹脂をトルエン/酢酸エチル=5:1(重量比)混合溶液に溶解して得られた10重量%溶液1000重量部を、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(エポキシ当量4000/eq)のトルエン/酢酸ブチル=3:1(重量比)の混合溶液50重量%溶液100重量部と、マイクロカプセル化イミダゾール誘導体エポキシ化合物50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。

比較例5、6

比較例5では、導電粒子としてポリスチレン球状核材に

ニッケル／金メッキしたもの（ニッケル膜中の燐含有量0重量%）、比較例6ではニッケル膜中の燐含有量30重量%を用いた以外は、実施例1と同様にして異方導電フィルムを得た。これらの実施例及び比較例で得られた異方導電フィルムについて、貯蔵保存性、接着力、リペア性、接続信頼性の評価を実施した結果を表1、表2に示す。

【0015】評価方法

試験片として用いた異方導電フィルムの厚みは全て25 μ m。

貯蔵保存性：異方導電フィルムを室温（23℃）及び40℃に放置後、120℃の熱盤上で熔融することを確認し、更にこの試験片を用いてTABとシート抵抗値30 Ω のインジウム／錫酸化導電皮膜を全面に形成した厚さ1.1mmのガラス（以下ITOガラスという）を接続した場合に、初期接続抵抗値が全ての端子において、2*

10

* Ω 以下であれば○、2 Ω を越えるものであれば×とした。

接着力：90°剥離試験によって評価を行った。被着体としては、銅箔／ポリイミド=35/75 μ mに0.4 μ mの錫メッキを施したTAB（ピッチ0.10mm、端子数200本）とITOガラスを用いた。

リペア性：一度熱圧着によって接合した試験片を熱盤上で150℃に加熱して引き剥し、被接続部材を損傷なく剥離できるか否かを観察した。

接続信頼性：-40℃/30分、25℃/5分、80℃/30分、25℃/5分の温度リサクル試験を250サイクル行った後、隣接する端子間の接続抵抗を測定した。

【0016】

【表1】

表1

		実施例					
		1	2	3	4	5	6
保存性	室温	○	○	○	○	○	○
	40℃	○	○	○	○	○	○
接着力 (g/cm)	室温	890	960	780	1090	880	860
	60℃	910	880	810	970	930	920
リペア性		○	○	○	◎	○	○
接続信頼性 (Ω)	初期	1.7	1.8	1.6	2.0	1.6	1.8
	処理後	2.5	2.7	1.9	4.1	2.0	2.2
反応性エラストマー	重合度	1700	2350	1700	1700	1700	1700
	アセチル化度 (mol%)	3 \leq	3 \leq	3 \leq	3 \leq	3 \leq	3 \leq
	ブチラール化度 (mol%)	65 \geq	65 \geq	65 \geq	65 \geq	65 \geq	65 \geq
	フロー軟化点 (℃)	225	230	225	225	225	225
樹脂配合割合 (A/(B+C))		17/100	17/100	10/100	50/100	17/100	17/100
導電粒子(ニッケル膜中の燐含有量 (重量%))		10	10	10	10	5	20

【0017】

【表2】

表2

		比較例					
		1	2	3	4	5	6
保存性	室温	○	○	○	×	○	○
	40℃	○	○	○	×	○	○
接着力 (g/cm)	室温	350	460	420	960	830	890
	60℃	240	310	390	310	880	910
リペア性		○	○	×	◎	○	○
接続信頼性 (Ω)	初期	2.6	3.1	1.8	オーバー	オーバー	オーバー
	処理後	オーバー	オーバー	2.3	オーバー	オーバー	オーバー
反応性エラストマー	重合度	300	1000	1700	1700	1700	1700
	アセチル化度 (mol%)	3>	3≤	3≤	3≤	3≤	3≤
	ブチラール化度(mol%)	63	70	65≥	65≥	65≥	65≥
	フロー軟化点 (℃)	115	160	225	225	225	225
樹脂配合割合 (A/(B+C))		17/100	17/100	5/100	100/100	17/100	17/100
導電粒子(ニッケル膜中の焼含有量 (重量%))		10	10	10	10	0	30

【0018】

【発明の効果】本発明によれば、密着性、作業性のバラ

ンスが極めてよく、信頼性が高く、かつ低接続抵抗の異方導電フィルムを得ることができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. 6

H01R 11/01

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

A